

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-009897

(43)Date of publication of application : 18.01.1994

(51)Int.Cl.

C09C 1/62

B22F 1/02

C09D 5/10

C09D 5/10

(21)Application number : 04-166265

(71)Applicant : NIPPON DAKURO SHAMROCK:KK

(22)Date of filing : 24.06.1992

(72)Inventor :  
ISHIZUKA KEIICHI  
HIGASHIYAMA TAKAO  
NAKAZATO MICHIAKI

## (54) COATED METALLIC FLAKE CONTAINING ZINC, ITS PRODUCTION AND COATING

## (57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the metallic flake, having a colloidal silica film on the surface, excellent in rust preventing properties and stability and useful as coatings, etc., by bringing a solution containing specific colloidal silica into contact with metallic flake containing zinc.

CONSTITUTION: The flake is obtained by bringing a solution, regulated to pH 10-13 and containing colloidal silica having  $\leq 10\text{nm}$  particle diameter into contact with metallic flake, containing zinc and having 3-20 $\mu\text{m}$  average major axis and 0.1-3 $\mu\text{m}$  average thickness.

Furthermore, the objective coating is prepared by including the flake therein. The coating ratio (weight ratio of silicon oxide/ metal) of the flake with the colloidal silica is preferably within the range of 0.008-0.12.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

03.06.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's  
decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3124830

[Date of registration]

27.10.2000

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-9897

(43)公開日 平成6年(1994)1月18日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 C 1/62	P B L	6904-4 J		
B 2 2 F 1/02		D		
C 0 9 D 5/10	P Q F	6904-4 J		
	P Q G	6904-4 J		

審査請求 未請求 請求項の数4(全 7 頁)

(21)出願番号	特願平4-166265	(71)出願人	000152907 株式会社日本ダクロシャムロック 神奈川県横浜市戸塚区下倉田町字下耕地49 番5
(22)出願日	平成4年(1992)6月24日	(72)発明者	石塚 啓一 神奈川県鎌倉市梶原5-2-A5-203
		(72)発明者	東山 隆男 神奈川県横浜市栄区飯島町569-9
		(72)発明者	中里 道明 神奈川県横浜市戸塚区下倉田町473-207
		(74)代理人	弁理士 酒井 一 (外1名)

(54)【発明の名称】 コーティング亜鉛含有金属フレーク、その製造方法及び塗料

(57)【要約】

【構成】 表面にコロイダルシリカ皮膜を有するコーティング亜鉛含有金属フレーク、pHを10～13に調節したコロイダルシリカ含有溶液を亜鉛含有金属フレークに接触させる前記コーティング亜鉛含有金属フレークの製造方法及び前記コーティング亜鉛含有金属フレークを含有する塗料。

【効果】 前記コーティング亜鉛含有金属フレークは、表面にコロイダルシリカ皮膜を有し、水中でも長時間安定、且つ白錆等の発生がない。また前記製造方法は、コーティング処理中に亜鉛が水と反応することなく、容易且つ高収率で得ることができる。更に前記塗料は、水系においても長期間安定であり、防錆力に優れる塗膜を形成する。

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 表面にコロイダルシリカ皮膜を有することを特徴とするコーティング亜鉛含有金属フレーク。

【請求項2】 pHを10～13に調節したコロイダルシリカ含有溶液を亜鉛含有金属フレークに接触させることを特徴とする請求項1記載のコーティング亜鉛含有金属フレークの製造方法。

【請求項3】 前記コロイダルシリカの粒径が10nm以下である請求項2記載のコーティング亜鉛含有金属フレーク。

【請求項4】 請求項1記載のコーティング亜鉛含有金属フレークを含有することを特徴とする塗料。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、コーティング亜鉛含有金属フレーク、その製造方法及び塗料に関し、更に詳細には、特に水に対して安定であり、優れた防錆力を発揮するコーティング亜鉛含有金属フレーク、その製造方法及び塗料に関する。

## 【0002】

【従来の技術】亜鉛粉末は、塗料の金属粉耐食性顔料として使用されているが、従来用いられている亜鉛粉末は、比重が約7と大きく、且つ球状であるため貯蔵中の缶内又は作業中において、凝集して沈降するという問題がある。また球状であるので表面積が小さく、十分な防錆力を発揮させるためには、粉末粒子が互いに接触する程度に、塗料中の亜鉛濃度を高くしなければならず、塗膜強度が低下し、また塗膜の膜厚が厚くなり、塗膜のわれ（クラック）、溶接、溶断不良が生じ、更には作業中の亜鉛ヒュームによる労働衛生上の問題がある。

【0003】上記問題点を解決するために、亜鉛粉末を亜鉛粉末フレークとする提案がなされている。該亜鉛粉末フレークは、球状の亜鉛粉末に比して、表面積が大きいので、沈降しにくく、またフレーク状であることにより各亜鉛フレーク間の接触が密になるので塗料中の亜鉛量を減らすことができる。

【0004】しかしながら亜鉛粉末をフレーク化するためには、ステアリン酸等の高級脂肪酸及び／又は該高級脂肪酸の亜鉛塩等の金属塩を有機系粉砕助剤として添加するので、得られる亜鉛フレークの表面が高級脂肪酸によりコーティングされ、亜鉛系金属の有する機能が十分に発揮されず、防錆力が低下し、白錆が発生するという問題がある。

【0005】また最近の塗料分野においては、省資源、無公害対策として、ベースとなる溶剤として水を用いた水性塗料が要望されている。しかしながら前記亜鉛フレークは、表面積が大きいので水との反応性が良く、前述のように表面に高級脂肪酸のコーティング皮膜を有していても、経時的に表面の高級脂肪酸が離脱するため水性塗料とした場合の水安定性に劣るという問題がある。ま

2

た前述の表面が高級脂肪酸でコーティングされた亜鉛フレークは、表面に高級脂肪酸を有するので、疎水性であり、水に分散させるためには大量の界面活性剤を添加しなければならないという問題もある。従って、水溶液中にて長期間安定な亜鉛フレークは得られていないのが現状である。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、水溶液中でも長期間安定であり、防錆力に優れ、白錆の発生がないコーティング亜鉛含有金属フレーク及びその製造方法を提供することにある。

【0007】また本発明の他の目的は、水系においても長期間安定であり、耐食性に優れた塗膜を提供することができるコーティング亜鉛含有金属フレークを含有する塗料を提供することにある。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】本発明によれば、表面にコロイダルシリカのコーティング皮膜を有することを特徴とするコーティング亜鉛含有金属フレークが提供される。

【0009】また本発明によれば、pHを10～13に調節したコロイダルシリカ含有溶液を亜鉛含有金属フレークに接触させることを特徴とする前記コーティング亜鉛含有金属フレークの製造方法が提供される。

【0010】更に本発明によれば、前記コーティング亜鉛含有金属フレークを含有することを特徴とする塗料が提供される。

## 【0011】以下本発明を更に詳細に説明する。

【0012】本発明のコーティング亜鉛含有金属フレークは、表面にコロイダルシリカのコーティング皮膜を有することを特徴とする。

【0013】本発明のコーティング亜鉛含有金属フレークにおいて用いることができる亜鉛含有金属フレークとしては、具体的には例えば、亜鉛フレーク、アルミ合金亜鉛フレーク、アルミ-SiO<sub>2</sub>-亜鉛合金フレーク、ニッケル混合亜鉛フレーク、コバルト混合亜鉛フレーク等を好ましく挙げることができる。また前記亜鉛含有金属フレークの平均長径は、3～20μm、平均厚みは0.1～3μmの範囲とするのが好ましく、更にアスペクト比（長径／厚さ）は、5～20の範囲とするのが好ましい。

【0014】本発明のコーティング亜鉛含有金属フレークにおいて、表面をコーティングする際に用いるコロイダルシリカは、シリカをコロイド状としたものであれば特に限定されずに用いることができる。また前記コロイダルシリカの粒径は、10nm以下、特に4～8nmの範囲とするのが好ましい。これにより、亜鉛含有金属フレークの表面にポーラスなコロイダルシリカの皮膜を形成することができ、亜鉛の特性を劣化させることなく、水中における安定性を発揮する。

3

【0015】前記コーティング亜鉛含有金属フレークの前記コロイダルシリカによるコーティング率（酸化珪素／金属重量比）は、0.008～0.12の範囲であるのが好ましい。前記コーティング率が0.008未満の場合には、シリカによる金属の保護が不十分であり、0.12を超えると、亜鉛含有金属フレークの凝集が生じるので好ましくない。

【0016】また本発明のコーティング亜鉛含有金属フレークの製造方法は、pHを10～13の範囲に調節したコロイダルシリカ含有溶液と亜鉛含有金属フレークとを接触させることを特徴とする。

【0017】本発明の製造方法では、先ず、コロイダルシリカ含有溶液のpHを、アルカリ剤等を用いて10～13の範囲に調節する。前記pHが前記範囲外の場合には、コーティング処理中において、亜鉛含有金属フレークが水と反応し、水溶液中での亜鉛含有金属フレークの安定性が得られないので前記範囲内とする必要がある。この際用いるアルカリ剤としては、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、アンモニア水、メチルアミン、エチルアミン、エチレンジアミン等を好ましく挙げることができる。

【0018】また前記コロイダルシリカ含有溶液は、好ましくはコロイダルシリカを含有する水溶液である。また該溶液におけるコロイダルシリカの含有割合は、溶液全体に対して0.05～40重量%の範囲とするのが好ましい。

【0019】更に、前記コロイダルシリカの粒径は、10nm以下、特に4～8nmの範囲とするのが好ましい。前記粒径が、10nmを超える場合には、亜鉛含有金属フレーク表面に緻密なシリカのコーティング皮膜が形成されず、水に分散した際に腐食反応が進行して、水中における長期間の安定性が得られないので好ましくない。

【0020】ついで、前記コロイダルシリカ含有溶液と亜鉛含有金属フレークとを接触させる。

【0021】この際、亜鉛含有金属フレークの分散性を向上させるために界面活性剤等を添加することもできる。前記界面活性剤としては、前記亜鉛含有金属フレークを水分散し得るものであれば特に限定されるものではないが、オクタデシルアミン酢酸塩、アルキルトリメチルアンモニウムクロライド、アルキルジメチルベンジルアンモニウムクロライド等のカチオン系界面活性剤；ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルアミド、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル等の非イオン系界面活性剤等を好ましく用いることができ、市販品を用いることもできる。更に前記非イオン系界面活性剤の添加割合は、コロイダルシリカ含有溶液全体に対して、0.1～4重量%の範囲とするのが好ましい。

【0022】前記亜鉛含有金属フレークとしては、前述

4

の亜鉛含有金属フレークとして具体的に列挙した化合物などを好ましく用いることができる。

【0023】この際、亜鉛含有金属フレークとコロイダルシリカとの仕込み比は、コロイダルシリカ／亜鉛含有金属フレーク（重量比）＝0.01～0.14の範囲とするのが好ましい。前記仕込み比が、0.01未満の場合にはコーティングが不十分となり、0.14を超えるとコロイダルシリカ相互間における凝集が生じて水溶液が固化するので好ましくない。

【0024】本発明において、コロイダルシリカ含有溶液と亜鉛含有金属フレークとを接触させるとは、コロイダルシリカを亜鉛含有金属フレーク表面に接する状態とすることができれば、特に限定されず、好ましくは攪拌、混合するなどして行うことができる。

【0025】前記攪拌する際における攪拌温度は、好ましくは10～80℃、攪拌時間は、好ましくは3時間以上、特に5～72時間とするのが好ましい。前記攪拌温度が10℃未満の場合にはコーティング被膜の形成に長時間を要し、80℃を超えると亜鉛含有金属フレークの凝集が生じ、さらに攪拌時間が3時間未満の場合には、亜鉛含有金属フレークが、十分に分散されずに、コーティングが不十分となるので好ましくない。

【0026】つぎに、溶液とフレーク分とに分離することにより、表面にコロイダルシリカ皮膜を有するコーティング亜鉛含有金属フレークが得られる。

【0027】本発明において、コーティング亜鉛含有金属フレークと溶液とを分離するには、前記フレークを沈降させるか、または濾別する等して分離することができる。

【0028】また本発明の塗料は、前記コーティング亜鉛含有金属フレークを含有すること特徴とする。

【0029】本発明の塗料としては、前記コーティング亜鉛含有金属フレークを含んでいれば特に限定されるものではないが、具体的には、前記コーティング亜鉛含有金属フレーク、バインダー、顔料、分散剤等からなる塗料成分を水に分散した水性塗料や、前記塗料成分を、ミネラルスピリット、n-ブタノール、キシロール、トリオール、メチルエチルケトン、エチレングリコール等の溶媒に分散、溶解した溶剤系塗料を挙げることができる。

【0030】前記塗料成分に用いる前記顔料としては、アルミニウム粉末、ニッケル粉末、コバルト粉末、酸化珪素、酸化チタン、酸化ジルコニウム等を好ましく用いることができる。

【0031】また前記塗料成分に用いるバインダーとしては、水性塗料においては、珪酸ナトリウム、珪酸カリウム、珪酸リチウム、アルカリシリコン、シリコンエマルジョン、水溶性シリコン等の無機水性塗料用バインダー；アクリル樹脂エマルジョン、エポキシ樹脂エマルジョン、フェノール樹脂エマルジョン等の有機水性

塗料用バインダーなどを好ましく用いることができ、溶剤系塗料においては、シリコーン樹脂、アルキルシリケート、シランカップリング剤等の無機溶剤系塗料用バインダー；ポリスチレン樹脂、塩化ゴム、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、ポリウレタン樹脂、フェノール変性アルキド樹脂、メラミン樹脂等の有機溶剤系塗料用バインダーなどを好ましく用いることができる。

【0032】さらに前記分散剤は、前記水性塗料において前記顔料を用いない場合には、前記コーティング亜鉛含有金属フレークが水に対する分散性に優れるので、特に用いる必要はないが、前記水性塗料において前記顔料用いる場合および溶剤系塗料においては用いるのが好ましく、具体的には、オクタデシルアミン酢酸塩、アルキルトリメチルアンモニウムクロライド、アルキルジメチルベンジルアンモニウムクロライド等のカチオン系界面活性剤；ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルアミド、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル等の非イオン系界面活性剤等を好ましく用いることができる。

【0033】また本発明の塗料においては、さらに必要に応じて湿潤剤、レベリング剤、チキソトロピー性付与剤、増粘剤、タレ防止剤、防かび剤、成膜助剤、安定剤等を前記塗料成分に添加することもできる。

【0034】本発明の塗料において用いるコーティング亜鉛含有金属フレークの添加割合は、コーティング亜鉛含有金属フレーク／コーティング亜鉛含有金属フレーク以外の塗料成分（重量比）を0.5～20の範囲とするのが好ましく、特に2～10の範囲とするのが好ましい。前記添加割合が、0.5未満の場合には、亜鉛含有金属フレークの犠牲陽性作用が発現せず、20を超えるとビヒクルの量が少なくなり塗膜の強度が低下し、基材との十分な塗装密着性が得られないので好ましくない。

【0035】本発明の塗料を調製するには、公知の方法により、前記塗料成分を水若しくは前記溶剤に、分散または溶解するなどして得ることができる。また、水性塗料を調製する場合には、前記コーティング亜鉛含有金属フレークをスラリー状として用いることができ、該スラリーにおける含水率は、20～70重量%の範囲とするのが好ましい。

#### 【0036】

【発明の効果】本発明のコーティング亜鉛含有金属フレークは、表面にコロイダルシリカ皮膜を有するので、水中においても長時間安定、且つ白錆等の発生がないという効果を有する。

【0037】また本発明のコーティング亜鉛含有金属フレークの製造方法は、コロイダルシリカ含有溶液を特定のpH値としているので、コーティング処理中に亜鉛が水と反応することなく、前記コーティング亜鉛含有金属フレークを容易且つ高収率で得ることができる。

【0038】また本発明の塗料は、前記亜鉛含有フレークを含有するので、水系においても長期間安定であり、防錆力に優れる塗膜を形成することができる。

#### 【0039】

【実施例】以下、本発明を実施例及び比較例により更に詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

#### 【0040】

【実施例1】粒径8nmであるコロイダルシリカの20重量%水溶液を、純水で希釈して1重量%のコロイダルシリカ含有溶液とした。ついで、得られたコロイダルシリカ含有溶液に水酸化ナトリウム1重量%水溶液を添加してpHを11に調節した。得られたコロイダルシリカ含有溶液1リットルに対して、ステアリン酸を粉碎助剤として用いて製造した、平均長径20μ、平均厚さ1μの亜鉛フレークを200g加えて、コロイダルシリカ／亜鉛フレーク（重量比）＝0.05である溶液を得た。ついで、得られた溶液を60℃にて12時間攪拌した後、静置して、亜鉛フレークを沈殿させた。十分に沈殿した後上澄液を廃棄して、表面がコロイダルシリカにてコーティングされた亜鉛フレークを得た。

【0041】得られたコーティング亜鉛フレークについて以下の各試験を行った。結果を表1に示す。

【0042】1）フレーク及びフレーク含有スラリーの水分散性

コーティング亜鉛フレーク5gを50mlビーカーに投入し、少量の水を用いて予備分散を行い、ついで50mlの水を加えてよく攪拌し、10分間静置した後のフレーク粒子の分散状態を目視判定した。

30 【0043】2）水安定性

200mlの三角フラスコに得られたフレーク20gを投入し、純水100mlを加えて拡散してフレークを分散させた。ついでゴム付きメスピペットを取付け、20℃で24時間放置した後のガス発生量を測定して、水に対する反応性を判定した。

#### 【0044】3）貯蔵安定性

コーティング亜鉛フレーク50gを100mlのガラス瓶に投入し、室温で3か月間貯蔵した後、安定性を目視で判定した。またフレークの酸化状態をX線回析装置を用いて測定し、フレーク表面の元素分析をX線マイクロアナライザー（XMA）により行った。

【0045】また、得られたコーティング亜鉛フレークを含有するスラリー（含水率45%）100重量部にリチウムシリケート65重量部を加え、更に純水20重量部を加えて混合し、リチウムシリケート塗料を作成した。

【0046】別に、前記スラリー100重量部に、エポキシ樹脂エマルジョン（固形分60%）22重量部及び純水63重量部を加えて混合し、エポキシ樹脂塗料を調製した。

【0047】得られたリチウムシリケート塗料及びエポキシ樹脂塗料について以下に示す各試験を行った。結果を表2に示す。

【0048】4) 塗料の貯蔵安定性

塗料を300mlのガラス瓶に投入し、室温で3ヵ月間保管した後の性状を外観目視により判定した。

【0049】5) 耐食性

150×70×0.8mmの軟鋼テストパネルをアルカリ脱脂してバーコーター#16で前述の塗料を塗布し、80℃で10分間プレヒートを行い、更に180℃で15分間焼き付けを行った後、更に同様の塗布、焼き付けを行って、2コートのテストパネルを作成した。

【0050】得られたテストパネルについて、JIS-Z23711に規定されている塩水噴霧試験を行い、白錆及び赤錆の発生状況を外観目視により測定した。

【0051】

【実施例2】粒径10nmであるコロイダルシリカの20重量%水溶液を、純水で希釈して2重量%のコロイダルシリカ含有溶液とした。ついで、得られたコロイダルシリカ含有溶液に水酸化ナトリウム1重量%水溶液を添加してpHを1.3に調節した。得られたコロイダルシリカ含有溶液1リットルに対して、更に非イオン系界面活性剤として「ノブコ1529」（商品名、サンノブコ（株）製）を5g添加した後、ステアリン酸を粉碎助剤として用いて製造した、平均長径19μ、平均厚さ3μの亜鉛フレークを200g加えて、コロイダルシリカ/亜鉛フレーク（重量比）=0.10である溶液を得た。ついで、得られた溶液を15℃にて6時間攪拌した後、静置して、亜鉛フレークを沈殿させた。十分に沈殿した後上澄液を廃棄して、表面がコロイダルシリカにてコーティングされた亜鉛フレークを得た。

【0052】得られたコーティング亜鉛フレークについて実施例1と同様に各試験を行った。結果を表1に示す。

【0053】また得られたコーティング亜鉛フレークスラリー（含水率45%）について、実施例1と同様に塗料を調製し、各試験を行った。結果を表2に示す。

【0054】

【実施例3】粒径5nmであるコロイダルシリカの20重量%水溶液を、純水で希釈して0.8重量%のコロイダルシリカ含有溶液とした。ついで、得られたコロイダルシリカ含有溶液に水酸化ナトリウム1重量%水溶液を添加してpHを1.2に調節した。得られたコロイダルシリカ含有溶液1リットルに対して、更に非イオン系界面活性剤として「ノブコ1529」（商品名、サンノブコ（株）製）を1g添加した後、ステアリン酸を粉碎助剤として用いて製造した、平均長径10μ、平均厚さ0.3μの亜鉛フレークを200g加えて、コロイダルシリカ/亜鉛フレーク（重量比）=0.04である溶液を得た。ついで、得られた溶液を30℃にて5時間攪拌した

後、静置して、亜鉛フレークを沈殿させた。十分に沈殿した後上澄液を廃棄して、表面がコロイダルシリカにてコーティングされた亜鉛フレークを得た。

【0055】得られたコーティング亜鉛フレークについて実施例1と同様に各試験を行った。結果を表1に示す。

【0056】また得られたコーティング亜鉛フレークスラリー（含水率45%）について、実施例1と同様に塗料を調製し、各試験を行った。結果を表2に示す。

【0057】

【実施例4】粒径8nmであるコロイダルシリカの20重量%水溶液を、純水で希釈して1.6重量%のコロイダルシリカ含有溶液とした。ついで、得られたコロイダルシリカ含有溶液に水酸化ナトリウム1重量%水溶液を添加してpHを1.0に調節した。得られたコロイダルシリカ含有溶液1リットルに対して、更に非イオン系界面活性剤として「ノブコ1529」（商品名、サンノブコ（株）製）を1g添加した後、ステアリン酸を粉碎助剤として用いて製造した、平均長径15μ、平均厚さ1μの亜鉛フレークを200g加えて、コロイダルシリカ/亜鉛フレーク（重量比）=0.08である溶液を得た。ついで、得られた溶液を80℃にて12時間攪拌した後、静置して、亜鉛フレークを沈殿させた。十分に沈殿した後上澄液を廃棄して、表面がコロイダルシリカにてコーティングされた亜鉛フレークを得た。

【0058】得られたコーティング亜鉛フレークについて実施例1と同様に各試験を行った。結果を表1に示す。

【0059】また得られたコーティング亜鉛フレークスラリー（含水率45%）について、実施例1と同様に塗料を調製し、各試験を行った。結果を表2に示す。

【0060】

【実施例5】粒径8nmであるコロイダルシリカの20重量%水溶液を、純水で希釈して0.4重量%のコロイダルシリカ含有溶液とした。ついで、得られたコロイダルシリカ含有溶液に水酸化ナトリウム1重量%水溶液を添加してpHを1.2に調節した。得られたコロイダルシリカ含有溶液1リットルに対して、ステアリン酸を粉碎助剤として用いて製造した、平均長径5μ、平均厚さ0.5μの亜鉛フレークを200g加えて、コロイダルシリカ/亜鉛フレーク（重量比）=0.02である溶液を得た。ついで、得られた溶液を20℃にて24時間攪拌した後、静置して、亜鉛フレークを沈殿させた。十分に沈殿した後上澄液を廃棄して、表面がコロイダルシリカにてコーティングされた亜鉛フレークを得た。

【0061】得られたコーティング亜鉛フレークについて実施例1と同様に各試験を行った。結果を表1に示す。

【0062】また得られたコーティング亜鉛フレークスラリー（含水率45%）について、実施例1と同様に塗

料を調製し、各試験を行った。結果を表2に示す。

【0063】

【実施例6】粒径10nmであるコロイダルシリカの20重量%水溶液を、純水で希釈して2.2重量%のコロイダルシリカ含有溶液とした。ついで、得られたコロイダルシリカ含有溶液に水酸化ナトリウム1重量%水溶液を添加してpHを11に調節した。得られたコロイダルシリカ含有溶液1リットルに対して、更に非イオン系界面活性剤として「ノブコ1529」（商品名、サンノブコ（株）製）を5g添加した後、ステアリン酸を粉砕助剤として用いて製造した、平均長径9 $\mu$ 、平均厚さ0.2 $\mu$ の亜鉛アルミ合金フレークを200g加えて、コロイダルシリカ/亜鉛アルミ合金フレーク（重量比）＝0.11である溶液を得た。ついで、得られた溶液を40℃にて12時間攪拌した後、静置して、亜鉛アルミ合金フレークを沈殿させた。十分に沈殿した後上澄液を廃棄して、表面がコロイダルシリカにてコーティングされた亜鉛アルミ合金フレークを得た。

【0064】得られたコーティング亜鉛アルミ合金フレークについて実施例1と同様に各試験を行った。結果を表1に示す。

【0065】また得られたコーティング亜鉛アルミ合金フレークスラリー（含水率45%）について、実施例1と同様に塗料を調製し、各試験を行った。結果を表2に示す。

【0066】

【比較例1】ステアリン酸を粉砕助剤として用いて製造

した、表面がステアリン酸でコーティングされている平均長径10 $\mu$ 、平均厚さ0.5 $\mu$ の亜鉛フレークを用いて、実施例1と同様に各試験を行った。結果を表1に示す。

【0067】また得られたコーティング亜鉛フレークスラリー（含水率45%）について、実施例1と同様に塗料を調製し、各試験を行った。結果を表2に示す。

【0068】

【比較例2】粒径10nmであるコロイダルシリカの20重量%水溶液を、純水で希釈して2重量%のコロイダルシリカ含有溶液とした。得られたコロイダルシリカ含有溶液のpHは特に調節しなかったところ、pHは9であった。ついで、得られたコロイダルシリカ含有溶液1リットルに対して、更に非イオン系界面活性剤として「ノブコ1529」（商品名、サンノブコ（株）製）を5g添加した後、平均長径8 $\mu$ 、平均厚さ0.3 $\mu$ の亜鉛フレークを200g加えた。得られた溶液を40℃にて12時間攪拌した後、静置して、亜鉛フレークを沈殿させた。十分に沈殿した後上澄液を廃棄して、亜鉛フレークを得た。

【0069】得られた亜鉛フレークについて実施例1と同様に各試験を行った。結果を表1に示す。

【0070】また得られた亜鉛フレークスラリー（含水率45%）について、実施例1と同様に塗料を調製し、各試験を行った。結果を表2に示す。

【0071】

【表1】

	水分散性	水安定性 ガス発生量	貯蔵安定性	X線回折法 検出物質	XMA 検出物質
実施例1	◎	1ml以下	◎	Zn	Zn, Si
実施例2	◎	1ml以下	◎	Zn	Zn, Si
実施例3	◎	1ml以下	◎	Zn	Zn, Si
実施例4	◎	1ml以下	○	Zn, ZnO	Zn, Si
実施例5	◎	1ml以下	◎	Zn, Al	Zn, Al, Si
実施例6	◎	3ml	◎	Zn	Zn, Si
比較例1	×	20ml以上	×	Zn, ZnO, Zn(OH) <sub>2</sub>	Zn
比較例2	◎	20ml以上	×	Zn, ZnO, Zn(OH) <sub>2</sub>	Zn

- ◎ 非常に良い  
○ 良い  
× 悪い

【0072】

【表2】

	リチウムシリケート塗料				エポキシ樹脂塗料			
	塗料の貯蔵安定性	塗膜密着性	耐食性(時間)	耐食性(時間)	塗料の貯蔵安定性	塗膜密着性	耐食性	耐食性
実施例1	○	○	480	720	○	○	720	1000以上
実施例2	○	○	360	360	○	○	360	480
実施例3	○	○	720	1000以上	○	○	600	1000以上
実施例4	○	○	600	720	○	○	600	1000以上
実施例5	○	○	360	480	○	○	480	720
実施例6	○	○	480	480	○	○	720	1000以上
比較例1	×	△	96	120	×	○	120	120
比較例2	×	△	120	360	×	○	240	240

● 非常に良い  
 ○ 良い  
 △ 中程度  
 × 悪い

30

20

10

(7)

12

特開平6-9897